

⑩ 日本国特許庁 (JP)  
⑪ 特許出願公表

⑫ 公表特許公報 (A)

平2-503204

⑬ 公表 平成2年(1990)10月4日

⑭ Int.Cl. <sup>9</sup>	識別記号	序内整理番号	審査請求 未請求	部門(区分)
C 08 J 3/03	CF J	7918-4F	子機審査請求 有	3 (3)
B 01 J 13/00	A	6345-4G		
C 08 L 83/08	L R R	6609-4J*		

(全 8 頁)

⑮ 発明の名称 水性、微分散性ないし光学的に透明な、熱的に及び機械的に安定なシリコンエマルジョン、その製造及びその使用

⑯ 特願 昭63-503319  
⑰ 出願 昭63(1988)4月7日

⑮ 詳説文提出日 平1(1989)9月4日  
⑯ 国際出願 PCT/EP88/00285  
⑰ 國際公開番号 WO88/08436  
⑱ 國際公開日 昭63(1988)11月3日

⑮ 优先権主張 ⑯ 1987年4月24日 ⑰ 西ドイツ(DE)⑯ P3713789.1

⑮ 発明者 クロバチエク・ハラルト ドイツ連邦共和国、デー-8900 アウグスブルク、オプラツテルヴァルストラーセ、40

⑮ 出願人 ヘミツシエ・ファブリーク・ブ ドイツ連邦共和国、デー-8900 アウグスブルク、フェルベルストラーセ、4  
フェルゼー・ゲゼルシヤフト・ミト・ベシュレンクテル・ハフツング

⑮ 代理人 弁理士 江崎 光好 外1名

⑮ 指定国 A T(広域特許), A U, B E(広域特許), B R, C H(広域特許), D E(広域特許), F R(広域特許), G B(広域特許), I T(広域特許), J P, K R, L U(広域特許), N L(広域特許), S E(広域特許), U S

最終頁に統く

請求の範囲

1. エマルジョン全体に対して

a) 水に、透明ないし透明に溶ける乳化剤3ないし25、特に8ないし12重量%、  
b) 少なくとも0.1、特に少なくとも0.3のアミン数を有するアミノアルキル置換されたポリシリコン少なくとも1個0.1ないし84重量%、  
これは場合により少なくとも一部量の形で存在する、

c) 3まで、特に1まで、極めて特に0.6重量%までの酸、特に低分子の、有機酸、

d) 少なくとも5重量%水、この環a), b), c)及びd)から成る合計は100重量%になり、乳化剤/シリコン割合は少なくとも1.2:10である、  
を含有する水性、微分散性ないし光学的に透明な、熱的及び機械的に安定なシリコンエマルジョン。

2. これは化合物b)を5ないし70、特に12ないし18重量%の量で含有することを特徴とする、請求の範囲1によるシリコンエマルジョン。

3. これは化合物b)として少なくとも0.1、特に0.3ないし1.0のアミン数を有する直鎖-及び/又は分枝鎖状、アミノアルキル置換されたポリシリコンを含有し、この環NH<sub>2</sub>-基が、a)又は側部位にあることを特徴とする、請求の範囲1及び2によるシリコンエマルジョン。

4. これは化合物a)として第一及び/又は第二、線状又は分枝状C<sub>1</sub>-ないしC<sub>12</sub>-アルキルポリグリコールエーテル及び/又はC<sub>1</sub>-ないしC<sub>12</sub>-アルキルフェノールエトキシラートを含有することを特徴とする、請求の範囲1ないし3によるシリコンエマルジョン。

5. 化合物b)の70重量%までがアミノ基不含ポリシリコン (化合物c)で置き換えられていることを特徴とする請求の範囲2ないし4によるシリコンエマルジョン。

6. 3ないし25、特に8ないし12重量部化合物a), 0.1ないし84重量部化合物b)及び5ないし96、85重量部水 (化合物d)から成る混合物を少なくとも50℃に加熱下均質点まで攪拌し、次いで0.05ないし3.05、特に0.10ないし1.1、特に好ましくは0.3ないし0.7重量部化合物c)(100%酸に対して)で3.0ないし7.0のpH-値を調整し、混合物全体を均一相が形成するまで少なくとも50℃で攪拌し、場合により冷却し、その環化合物a), b)及びd)の量の合計及びpH-調整に使用される化合物c)の量は100重量部に成る、但し乳化剤とシリコンの割合は少なくとも1.2対10であることを特徴とする、請求の範囲1ないし5によるシリコンエマルジョンの製造方法。

7. 化合物a)の特に5ないし70、特に12ないし18重

## 明細書

水性、微分散性ないし光学的に透明な、熱的に及び機械的に安定なシリコンエマルジョン、その製造及びその使用

量部化合物b)、この環化合物b)の70重量%までがアミノ基不含ポリシロキサン<sup>a</sup>)で置き換えるされていてよい及び21.1ないし91.8、特に57ないし79.9重量部水(化合物d)を含有する混合物を使用することを特徴とする、請求の範囲6による方法。

8. 製造に於ける温度は50と120℃の間であり、処理を場合により僅かな加圧下で実施することを特徴とする、請求の範囲6及び7による方法。

9. 製造に於ける温度は60と95℃の間であることを特徴とする、請求の範囲6ないし8による方法。

10. 化合物c)を用いて5.0ないし7.0のpH-値を調整することを特徴とする、請求の範囲6ないし9による方法。

11. 請求の範囲1ないし5によるシリコンエマルジョンをそのまま又は他の公知の繊維材料の添加後常法で繊維材料仕上げに使用。

本発明は水性、微分散性又は光学的に透明な、熱的に及び機械的に安定なアミノアルキル置換されたポリシロキサンを基体とするシリコンエマルジョン、このエマルジョンの製造及びその使用を示す。

シリコンエマルジョンを高圧乳化下に製造することは、長い間知られている(ドイツ特許第1.060.347号明細書、米国特許第3.320.197号明細書、米国特許第3.748.275号明細書)。更にヨーロッパ特許公開第138.192号明細書から、ポリオルガノシロキサンマイクロエマルジョンの製造は公知である。その環出発物質、すなわち極性基を有するポリオルガノシロキサン及び界面活性剤を混合し、水を半透明の油混溶物の形成のために加え、その後得られた混溶物を急速に水中に分散する。マイクロエマルジョンのこの製造は、著しい困難性を類型同定の点で生じさせ、特にしかも得られたエマルジョンは、不十分な熱安定性しか示さない。

今や本発明者は、極めて特定の出発化合物を選択された量割合で高圧均一化せずに熱的に及び機械的に通常の条件下に安定な、水性、微分散性ないし光

学的に透明なシリコンエマルジョンを生じ、そのエマルジョンはその上驚くべきことに簡単な手段及び方法でシリコン、乳化剤及び水の脱水、酸の加熱及び添加によって製造することができるを見い出した。

本発明はしたがって請求の範囲1ないし5中に水性、微分散性ないし光学的に透明な、熱的に安定なシリコンエマルジョンを記載する。このシリコンエマルジョンの製造方法は請求の範囲6ないし10及びその使用は請求の範囲11で保護される。

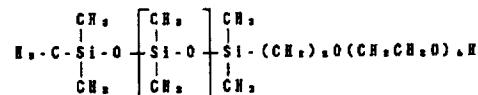
化合物a)として水に透明ないし透明に溶ける(以下に“水溶性”と表示する。)、特に官能不含乳化剤を使用する。この乳化剤は公知であり、当業者は正しい化合物を選択するのに手間を要しない。例として——すべては挙げられないが——一次の乳化剤が挙げられる:

脂肪アルコールのエチレンオキシド付加物、特にC<sub>6</sub>-原子数8ないし16の第一及び(又は)第二、線状ないし分枝状アルコール及びエトキシル化された

C<sub>6</sub>-12-アルキルフェノールのエチレンオキシド付加物、この環エチレンオキシド単位の数を水溶性を生じる様に選択しなければならない。使用される化合物は、2,6,8-トリメチル-4-ノニルオキシヘキサボリエチレンオキシエタノール、平均8エチレンオキシド単位を有するイソトリデシルエトキシラート。

平均12モルエチレンオキシドでエトキシル化された第二ドデシルアルコール又はa-デシルアルコール及び平均10エチレンオキシド単位を有するノニルフェノールポリグリコールエーテルである。しかし乳化剤としてその他にその水溶性が保証されしだいシリコン界面活性剤も良好に適し、たとえばそれはポリシロキサンのエト-及び(又は)プロポキシル化によって生じる。その環アルコキシル化は側鎖で又は末端で行うことができ、擴長に於て

・[Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>O]・・単位の数に依存する。したがってたとえばa-1ないし5を有するポリシロキサンの場合、平均6ないし8エチレンオキシド単位を分子中に存在させ、たとえば次のシリコン界面活性剤である:

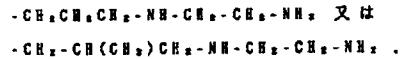


化合物b)は、少なくとも0.1、特に少なくとも0.3のアミン数を有するアミノアルキル置換されたポリシロキサンであり、この環極めて特に好ましいのは0.3ないし1.0のアミン数を有するポリシロキサンを使用する。その環アミン数は定義に従って1摩ルの消費を物質1gに対するg(=秤量)で示す。化

合物b)はその際少なくとも部分的に化合物c)との塩の形でも存在することができる。

アミノアルキル基の位置は、末端及び側鎖であることができる。アミノアルキル基は、一般に式 $-RNHR'$ を有し、その際R'はC-原子数2ないし8、特に3又は4の2価の炭化水素残基、R' = 水素原子、C-原子数1ないし4のアルキル基又は残基 $-CH_2CH_2NH_2$ である。

アミノ官能基は次の構造を有するのが好ましい：



必ずしも存在するアミノアルキル基と共に使用可能なポリシロキサンの構造に関して特別の制限はない。したがって直鎖-及び(又は)分枝状、アミノアルキル基で置換されたポリシロキサン、特にジメチルポリシロキサンを使用することができ、これは末端OH-基又は側鎖炭化水素-又は置換された炭化水素残基、特にビニル-及び/又はフェニル基を含有する。この説明から、反応割合の選択によって必要とされる最小アミン数が保証される間に、アミノアルキル置換されたポリシロキサンの別の変化によっても容易に使用可能な化合物b)が得られることが直ちに認められる。使用可能なアミノ官能性ポリシロキサンは一般に公知であり、したがってもや更に説明を必要としない。

しかし所望されるシリコンエマルジョンにあてはめるために、付加的に乳化剤とシリコンの割合(シリコンの概念はこの場合化合物a)及び化合物b)及びc)から成る合計を意味する。)は少なくとも1.2対10であることに必ず留意しなければならない。

水中油型-エマルジョンの製造を行う場合、化合物b)の量は最大70重量%、特に5ないし70重量%に限定されねばならない。

本発明による光学的に透明なシリコンエマルジョン(マイクロエマルジョン)が極めて特に好ましい。このエマルジョンは70重量%まで、特に18重量%まで、特に好ましくは12ないし18重量%の化合物b)を含有する。この光学的に透明なシリコンエマルジョン中での酸量は、特に厳密なものである。化合物b)の通常約15ないし40%エマルジョン(化合物c)を用いてこの様なエマルジョンはもはや得られない。)は、純粋な100%酸0.6重量%まで、特に0.25ないし0.6重量%を含有し、より一層置換されたシリコンエマルジョンの場合その量は僅かに増加することができる(約1重量%まで)。

70重量%までの化合物b)を他のアミノ基不含ポリシラン(化合物a)で置き換えた場合、極めて微分散性シリコンエマルジョンも驚くべきことに存在する。化合物a)としてその際多かれ少なかれ別の官能基を有するすべてのポリシロキサンが挙げられる。たと

化合物c)も当業者に熟知されている。該の例として次亜リン酸、硝-及び塩酸、特にしかも低分子の、有機酸、たとえば乳-、グリコール-、プロピオン-、ギ-及び経済的理由から特に酢酸が挙げられる。

化合物d)は普通の水道水である。しかし蒸留された又は脱塩された水を用いて処理することもできる。この際ここで化合物b)がより一層高濃度である場合最終エマルジョンの連続的製造に移行させるのが有利である。というのはそれによって僅かに微分散されたエマルジョンが生じるからである。

本発明によるシリコンエマルジョンに於て使用される化合物ばかりでなく、特に個々の化合物相互の量割合も重要である。したがって本発明による、熱的にかつ機械的に安定なシリコンエマルジョンはエマルジョン全体に対して3ないし25重量%化合物a)、0.1ないし84重量%化合物b)、3重量%まで化合物c)及び少なくとも5重量%まで水を含有することが絶対に必要である。というのはこの量割合を維持する場合しか自発乳化下で所望のシリコンエマルジョンは生じないからである。特に確実な処理は、シリコンエマルジョンが化合物a)8ないし12重量%、化合物c)1重量%まで及び化合物d)5ないし70重量%を含有し、この際化合物d)が通常の場合慣用の水道水である場合に保証される。化合物a)、b)及びd)から成る合計は、当然のことながら100重量%である。

えば次のものである：

ビニル-、アクリラート-及びフェノキシ-アルキル官能基を有する、 $\alpha$ -ジエボキシ-、 $\alpha$ -ジアルコキシジメチルポリシロキサン、ジメトキシポリシロキサン、しかもまた $\alpha$ -ジカルビノール-及びアミド官能性オルガノポリシロキサン。このシリコンエマルジョンは、化合物b)单独のエマルジョンに比してより一層少量で熱的に安定である(約70℃まで)。

シリコンエマルジョンの製造のために、化合物a)、b)及びd)を予め存在させ、攪拌下に少なくとも50℃に加熱する。しかし化合物a)及びd)のみを予め存在させ、加熱し、次いで初めて化合物d)を攪拌下に加えることもできる。この際原則的に好ましくは化合物b)を塩不溶の形で使用し、70重量%までを化合物c)に置き換えることができる。温度は上限が圧力上昇によってのみ決まり、好ましくは120℃まで高くならない様に加熱する。この際その時当然密閉された系中で実施しなければならない。60~95℃の温度範囲が特に有効である。というのはこの範囲内で全製造が十分に急速に進行し、加圧せずに処理することができる。一様の分散は比較的短い時間しかからず、一般に1~10、大抵1~5分で全く十分である。单一の混合物が生じるやいなや、化合物c)を超過温度で投入攪拌し、それによって即時に均一相が

特表平2-503204(4)

生じる。すなわち所望されたシリコンエマルジョンは自発乳化下に生じる。化合物c)の添加によって3.0ないし7.0、特に5.0ないし7.0のpH-値を調整する。これに必要な量は、化合物b)の同時の塩形成を考慮して0.05ないし3.05、特に0.1ないし1.1、特に好ましくは純粋なマイクロエマルジョンを得るために、0.3ないし0.7重量部の化合物c)(100%酸に対して)である。化合物a), b)及びd)の量は、最終シリコンエマルジョンの量に対応して3ないし25、特に8ないし12重量部化合物a), 0.1ないし84、特に5ないし70、特に好ましくは12ないし18重量部化合物b)及び5ないし96、85、特に5ないし70、特に21.1ないし91.8、特に好ましくは57ないし79.9重量部化合物d)であり、この際化合物a), b)及びd)から成る合計及びpH-調整に使用される化合物c)の量は、100重量部である。

しかし化合物c)の全量を最初から予め存在させる、すなわち化合物b)を塩の形でエマルジョンの製造に適用することもできる。この処理法は同様に容易に可能であるが、この場合高められた温度での自発乳化を得るためにより一層長い時間が必要である。

安定性の理由から、製造の後に場合によりまだ酸を添加することを留意しなければならない。というのは保存の間pH-値が7以上に上らないことを保証するためである。安定性の理由から、市販の微生物

理由からこれを大抵15ないし40重量%シリコンに調整する)を常法に従ってそのまま繊維材料仕上げに使用することができ、すなわち特に吸尽-及びバジング法に従う。その際しかしこれを他の公知の繊維材料助剤と——熱い状態で製造の範囲内でも——組合せることも容易に可能である。この際本発明による剤によって特に手ざわりが良好に影響を受ける。これを用いて常法で処理された繊維材料は、すなわち特に表面なめらかな、さらさらした柔軟な手ざわりの点で優れている。

この様な添加物として市販の帶電防止剤、光沢仕上げ剤、合成樹脂、珠油化-及び疎水化剤及びこれに属する触媒が挙げられる。

次に本発明を下記の例によって詳細に説明する。但しその場合部-重量部及び%記載-重量%を意味する。

例1ないし4

下記化合物a), b)及びd)を記載する様に相互に混含し、80℃に加熱し、この温度で2ないし3分以内長押して均一に分散する。次いで下記温度で記載した量の酢酸を加え、すぐに自発乳化を行う。すなわち混合物は直ちに透明になる。次いで室温に冷却する。混濁の測定のために順次得られたマイクロエマルジョンをランゲ-混濁フォトメーターでそのまま測定する。

剤の添加も全く有利でありうる。双方の場合、その添加は40℃以下で行わねばならない。

従来技術によれば、選択された化合物を選ばれた量割合で使用して、記載した処理条件下に自発乳化下で微分散ないし光学的に透明なシリコンエマルジョンが得られることは予期できなかったことである。この場合特に驚くべきことは簡単な方法で高濃度の清澄なシリコンエマルジョンを製造することもできることである。このエマルジョンは優れた透明度を有し、微分散性シリコンエマルジョンと同様に熱的に安定である。その際透明度を簡単にランゲ-混濁フォトメーター-LTP5で測定することができる。この際ホルマジンスタンダードによる混濁単位(TE/F)でエマルジョン品質について証明することができる

(水に対する値約0.25)。しかしその場合本発明によるエマルジョンが光学的に透明である限りこれは極めて大きい熱安定性を有し、従来技術によれば従来まだ得られない性質を有するという事実は重要でありかつ決定的である。しかし微分散性エマルジョンが生じる場合でも、これはまだ極めて良好に熱に安定である(少なくとも70℃まで)。更にまた本発明により製造されたエマルジョンは高い機械安定性、特に振動及び剪断に対して高い安定性を有する。

本発明によるシリコンエマルジョン(加工技術の

記載される量は重量部である。

	例1	例2	例3	例4
水(化合物d)	74.6	74.6	74.6	74.6
化合物a1)		10	10	
化合物a2)	10			
化合物a3)		10		
化合物b1)	15			
化合物b2)		15		
化合物b3)			15	
化合物b4)				15
水酢酸	0.4	0.4	0.4	0.4
pH-値	5.5	5.5	5.5	5.5
TE/F	6	6	8	50
(混濁単位- ホルマジン)				
外観	清澄	清澄	清澄	極めて弱い 青色
熱安定性	+	+	+	+
(2時間95℃で 試験)				

+=熱安定

+=熱不安定

a1)=平均7エチレンオキシド単位を有する

C<sub>11</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>S、アルコールエトキシラート。

a2)=2,6,8-トリメチル-4-ノニルオキシボリエチ

て処理する場合、帶青色エマルジョンが得られる(TB/F80)。

例5

例1を、乳化剤を詰する箇所で擧げられたシリコン界面活性剤の開量の使用下にくり返した場合、淡い帶青色の、熱に極めて安定なマイクロエマルジョンが得られ、これははれ应力に対して敏感でない。

例6

例1中に記載した化合物a2) 8部を70℃に加熱下攪拌しながらアミノ官能性ポリシロキサン16部(液状、OH-末端遮断された、-(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>-側鎖を有するジメチルポリシロキサン(20℃での粘度約1000mPa.s; アミン数0.62))

a 3) = 平均3 エチレンオキシド単位を有するイソトリデシルエトキシラート。

b 1) = 液状、トリメチルシリレン遮断された、-(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>-側鎖を有するジメチルポリシロキサン(20℃での粘度約1000mPa.s; アミン数0.62)

b 2) = 液状、OH-末端遮断された、-(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>-側鎖を有するジメチルポリシロキサン(20℃での粘度約1900mPa.s; アミン数0.58)

b 3) =



R = -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub> 及び

b 4) = 分枝鎖状、OH-末端遮断された、-(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>-側-及び-末端鎖を有するジメチルポリシロキサン(20℃での粘度約1050mPa.s; アミン数0.3)。

例1に於けると同一の方法で過酸酸0.4部を用い

例8

例1を化合物b'1)に最初から水酢酸0.05部を加え、そこに記載されている様に処理する。残りの水酢酸の添加し、短時間後攪拌した後同一の良好なエマルジョンが得られる。

例9

例1を95℃で(攪拌時間5~6分)次のアミノアルキル置換されたポリシロキサンの25部及び対応して減少された水量を用いてくり返す:著しく分枝され、トリメチレンド遮断されたジメチルポリシロキサン(アミン数約0.6: 20℃での粘度約1200mPa.s)。

例10ないし14

下記化合物a), b), d)及びe)を記載した方法で混合し、70~80℃に加熱し、この温度で数分以内(化合物b)及びe)の粘度に応じて2~6分)攪拌することによって均一に分散する。次いで化合物c)の添加によって自発的に最純エマルジョンを製造する。その後室温に冷却する。

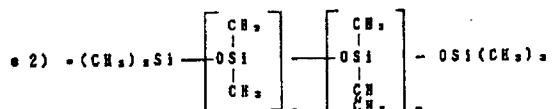
例:	10	11	12	13	14
水					
化合物a)	48.4	9	64.6	34.8	52.7
化合物a2)	-	10	10	-	-
化合物a4)	10	-	-	-	-
化合物b1)	40	-	15	25	12
化合物b5)	-	80	-	-	-
水酢酸	-	-	0.4	0.2	0.3
過酸酸	1.6	-	-	-	-
グリコール酸	-				
57%(-化合物c)	1	-	-	-	-
化合物a1)	-	-	-	-	25
化合物a2)	-	-	-	30	-
化合物a3)	-	-	10	-	-
pH-値	6.6	6.7	6.5	6.8	6.6
外観	清澄	清澄	微分散	微分散	微分散
熱安定性	+	+	+	+	+

(60℃で2時間)

a 4) = 平均6 エチレンオキシド単位を有する-n-ドデシルエトキシラート

b 5) = 約750mPa.sの20℃での粘度及び約0.6のアミン数を有する例6中に記載されたポリシロキサンと同一

特表平2-503204(6)



20℃での粘度約40mPa.s : ヨード数約66

e 3) = ビニル基の代りに側鎖 - (CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>-CH-CH<sub>2</sub> -

を有する e 2) と同じ構造

20℃での粘度約50mPa.s : エボキシ数約0.2

例15

脱脂された水 72.91 部

乳化剤 (例2, 化合物 a 3 参照) 6.66 部

アミノ官能性ポリシロキサン

(分接状: OH- 来接連断された

ジメチルポリシロキサン: 約20℃での

粘度約1050mPa.s : アミン数0.30) 20.00 部

及び60%熱融 0.43 部

を約80℃に攪拌下加熱する。約30分後、この温度で

徐々に放冷しながらマイクロエマルジョンが生じる。次いで冷間攪拌する。然に安定なシリコンエマルジョンを生じる。

使用例 1

a) バージング法

木綿ニットウェア (200g/m<sup>2</sup>) を、例1に従って製造されたエマルジョン30g/m<sup>2</sup>を含有する染液 (染液-pH-値5.5) でバージングし、約90%染液吸収率に圧押し、110℃で10分間乾燥する。極めて表面なめらかな、特に柔らやで、さらさらした手ざわりを生じ、この場合ウェアは付加的に高いレジリエンス及び防しわ性質の著しい増加の点で優れている。

b) 吸尽法

例1中に記載したマイクロエマルジョンを同一木綿ニットウェアの仕上げのために、これを処理染液 (染液割合1:20) 中に浸漬し、20分20℃で滞留させ、次いで上述の様に乾燥する。この方法で染液の約85%吸尽によって4重量%作用物質をウェア上に付与する。対応する仕上げ効果が得られる。

使用例 2

例12によるエマルジョンをその効果の仕上げのために下記仕上げ剤夫々10ないし30gを加えることができる:

(1) メタノールでエーテル化されたジメチロールジヒドロキシエチレン原素の約70%水性溶液、

補正書の翻訳文提出書

(特許法第184条の8)

平成1年8月4日

特許庁長官 吉田 文毅 殿

1. 特許出願の表示

PCT/EP88/00285

2. 発明の名称

水性、微分散性ないし光学的に透明な、熱的及び機械的に安定なシリコンエマルジョン、その製造及びその使用

3. 特許出願人

住所 ドイツ連邦共和国、デー-8900 アウグスブルク、  
フェルベルストラーゼ、4

名称 ヘミッシュ・ファブリーク・ブフェルゼー・ゲゼ  
ルシャフト・ミト・ベシュレンクテル・ハブシング

国籍 ドイツ連邦共和国

4. 代理人

住所 〒105 東京都港区虎ノ門1 丁目8 番1 号  
(虎の門電気ビル) [電話03(502)1476(代)]

氏名 弁理士 (4013) 江崎 光好 光好

5. 補正書の提出年月日

1989年6月8日

6. 添付書類の目録

補正書の翻訳文

1通

特表平2-503204(7)

### 精來の頃

1. 水に澄明ないし透明に溶ける乳化剤 (化合物a)  
 3 ないし25, 特に8ないし12重量部, 少なくとも0.1, 特に少なくとも0.3のアミン數を有するアミノアルキル置換されたポリシロキサン (化合物b) 少なくとも1個0.1ないし84重量部, 酸, 特に低分子有機酸(100%酸に対して) (化合物c) 0.05ないし3.05, 特に0.10ないし1.1, 特に好ましくは0.3ないし0.7重量部及び水 (化合物d) 5ないし96.85重量部から成る混合物を搅拌し, 3.0ないし7.0のpH-値の調整下に少なくとも50℃に均一相が形成するまで加熱し, 場合により冷却し, この際化合物a), b)及びd)の量の合計及びpH-調整に使用される化合物c)の量は100重量部に成る, 但し乳化剤とシリコンの割合は少なくとも1.2対10であることを特徴とする, a)乳化剤, b)アミノアルキル置換されたポリシロキサン, c)酸及びd)水を含有する微分散性ないし光学的に透明な, 热的に及び機械的に安定なシリコンエマルジョンを製造する方法。
2. 化合物a), b)及びd)から成る混合物を少なくとも50℃に加熱し, その時初めて化合物c)を加えることを特徴とする, 請求の範囲1による方法。
3. 化合物a)及びd)から成る混合物を少なくとも50℃に加熱し, その時初めて化合物d)及びc)を加える

- 化合物c)の量を、最終エマルジョンが5.0ないし7.0のpH-値を有する様に選ぶことを特徴とする、請求の範囲1ないし9の少なくとも1による方法。
- 請求の範囲1ないし10の1つ又は数個に従って製造されたシリコン分散液。
- 請求の範囲11によるシリコンエマルジョンをそのまま又は他の公知の維持剤の添加の後常法で維持材料仕上げに使用。

International Application No. PCT/EP88/00285					
1. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER of current classification, applicant's classification, and CPC					
According to International Patent Classification (IPC) or to its National Classification and CPC					
Int.Cl. <sup>6</sup> C 08 J 3/02; C 08 L 83/08; D 06 M 15/643					
2. PRIOR ART SEARCHED					
Prior Art Documentations Searched <sup>7</sup>					
Classification System   Classification System					
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 10%;">Int.Cl.<sup>6</sup></td> <td style="width: 90%;">C 08 J;C 08 L;C 08 X;D 06 M</td> </tr> <tr> <td colspan="2" style="text-align: center;">Documentation Searched other than International Documentation to the Extent that such Documentaries are Included in the Prior Art Searched<sup>8</sup></td> </tr> </table>		Int.Cl. <sup>6</sup>	C 08 J;C 08 L;C 08 X;D 06 M	Documentation Searched other than International Documentation to the Extent that such Documentaries are Included in the Prior Art Searched <sup>8</sup>	
Int.Cl. <sup>6</sup>	C 08 J;C 08 L;C 08 X;D 06 M				
Documentation Searched other than International Documentation to the Extent that such Documentaries are Included in the Prior Art Searched <sup>8</sup>					
III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT <sup>9</sup>					
Category <sup>10</sup>   Citation of Document, <sup>11</sup> with indication, where appropriate, of the relevant passages <sup>12</sup>   Reference to Claim No. <sup>13</sup>					
Y	US,A,4038437(J.W.CHAZIER)14 June 1983,see claim 1; examples 1-3	1-7,9,11			
Y	EP,A,0138192(DOW CORNING CORP.)24 April 1985 see claims 1,2,5,6,9;examples 24,1-7, 12-15;cited in the application	1-7,9,11			
Y	EP,A,0156970(WACKER-CHENIE)05 October 1985, see claim 1;examples 1-3;page 3,para- graph 1	1-7,9,11			
A	EP,A,0143315(GENERAL ELECTRIC CO.)05 June 1985,see claims 1-3,9;examples 1-4	1-6,8,11			
A	US,A,4496687(OKADA et al.)29 January 1985, see claims 1,3-6,11,13;example 1;co- lumn 3,line 54-column 4,line 23;column 4,lines 49-58	1-4,11			
A	US,A,4536340(J.J.DEXARK)09 July 1984,see claims 1,8,9,11	1			
-----		-----			
<ul style="list-style-type: none"> <li>* Related applications or other documents: *</li> <li>** A document which relates to the same field of the art which is not considered to be of particular relevance</li> <li>*** Other documents not published as or after the International application date, which may become relevant due to the disclosure of the present application, or other reasons (not considered)</li> <li>**** Document referring to an oral disclosure, non-patent literature or other information not recorded in the patent file</li> <li>***** Document referring prior to the International filing date but later than the priority date</li> </ul>		<ul style="list-style-type: none"> <li>** later documents published after the International filing date or prior to the priority date, with the exception of documents which do not affect the novelty of the claims under the patentability rules</li> <li>*** documents which are not published as or after the International filing date, but which may become relevant due to the disclosure of the present application</li> <li>**** document referring to an oral disclosure, non-patent literature or other information not recorded in the patent file</li> <li>***** document referring to an oral disclosure, non-patent literature or other information not recorded in the patent file, but which is later than the priority date</li> </ul>			
IV. CERTIFICATION					
One of the Agent/Consultant of the International Search Report		Date of filing of this International Search Report			
15 June 1988 (15.06.88)		13 July 1988 (13.07.88)			
International Searching Authority		Signature of Authorized Officer			
European Patent Office					

## 国際調査報告

EP 8600285  
3A 21682

This annex lists the parent family numbers relating to the parent documents cited in the above-mentioned International search report.  
The numbers are as recorded in the European Patent Office EPO file as of 01/07/86.  
The European Patent Office is to be approached for these particulars which are freely given for the purpose of information.

Patent document cited in search report	Publication date	Parent family numbers <sup>1)</sup>		Publication date
US-A- 4388437	14-06-83	EP-A, B	0055605	07-07-82
		JP-A-	57111354	10-07-82
		AU-A-	7902981	08-07-82
		CA-A-	1183623	08-01-85
		AU-B-	551716	08-05-86
EP-A- 0138192	24-04-85	AU-A-	3428684	24-04-85
		JP-A-	60127327	08-07-85
		US-A-	4420878	04-11-85
		AU-B-	564821	27-08-87
EP-A- 0156970	09-10-85	JP-A-	60134072	17-07-85
		DE-A-	3343878	03-10-85
		US-A-	4559385	17-12-85
EP-A- 0143315	09-06-85	AU-A-	3410884	02-08-85
		JP-A-	60127382	08-07-85
US-A- 4496687	29-01-85	JP-A-	58101153	16-06-81
US-A- 4526540	20-08-85	JP-A-	50076559	01-05-85

For more details about this annex, see Official Journal of the European Patent Office, No. 12/82

## 第1頁の統計

④Int. Cl.<sup>5</sup> 識別記号 庁内整理番号  
D 06 M 15/647 9048-4L

優先権主張 ④1987年7月17日④西ドイツ(DE)④P3723697.0  
④発明者 チゲ・ギュンテル ドイツ連邦共和国、マー-8930 シュウアーブ ミュンヘン、ウエルトアツハウエーク、15